

(10)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平8-170177

(13)公開日 平成8年(1996)7月2日

(51)Int.Cl.^{*}
 C 23 C 18/16
 B 01 D 35/02
 C 22 B 7/00
 H 05 K 3/00

識別番号 0161534
 特許出願番号 C

P 1

技術表示箇所

B 01 D 35/02
 審査結果 未請求 請求項の数 2 FD (全 5 頁)

(21)出願番号 特願平6-333390

(22)出願日 平成6年(1994)12月15日

(71)出願人 0000205108

株式会社日立製作所
 東京都千代田区神田錦町四丁目6番地
 (00226518)(72)発明者 武藤 常文
 神奈川県秦野市錦山下1番地 株式会社日立製作所汎用コンピュータ事業部内(73)発明者 高石 公広
 神奈川県秦野市錦山下1番地 株式会社日立製作所汎用コンピュータ事業部内

(74)代理人 弁理士 梶岡 康茂 (外1名)

最終頁に続く

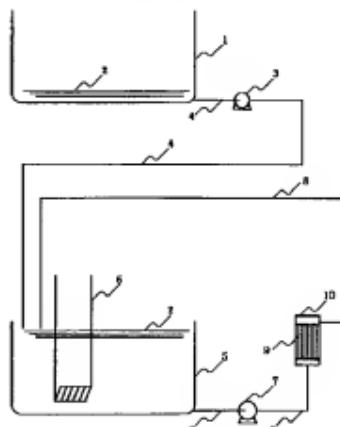
(54)【発明の名稱】 化学めっき液の金属イオン回収装置および雑材

(57)【要約】

【目的】 化学めっき液老化廃液中の有価成分である金属イオンを回収し再資源化することにある。

【構成】 化学めっき液の金属イオン回収装置は、化学めっき液の老化廃液をためるための廃液貯槽5と廃液を加温するための加温用ヒーター6、廃液を循環するための循環ポンプ7、循環配管8、および化学めっき液の老化廃液中の金属イオンを析出させる、触媒となる金属を付着した沪材9と沪材を装填する沪過器10で構成される。金属イオンの回収は化学めっき廃液を沪過器10に循環させることにより行なう。これにより、化学めっき廃液中の鋼イオンが沪材9に金属鋼として析出する。液温度のコントロール、循環ポンプのコントロール等の制御機器は図示省略されている。

(図 1)



【特許請求の範囲】

【請求項1】 化学めっき液の老化廃液貯槽と、該老化廃液貯槽に接続され該老化廃液貯槽内の老化廃液を移送して該老化廃液貯槽に戻すよう循環移送するための送液配管と、該送液配管の途中にそれぞれ介在接続された循環ポンプおよび金属イオンをめっき反応で析出させる触媒となる金属を付着させた沢材を装填した沢通器とを具備し、化学めっき液の老化廃液中の金属イオンを前記沢材に還元析出させ回収することを特徴とする化学めっき液の金属イオン回収装置。

【請求項2】 沢材に化学めっき液の金属イオンをめっき反応で析出させる触媒となる金属を付着させたことを特徴とする化学めっき液の金属イオン回収用沢材。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】 本発明は、化学めっき液の老化廃液中の有価成分を回収する回収装置および回収のために用いる沢材に関する。

【0002】

【従来の技術】 コンピューター等の電子機器の部品である、プリント配線板の製造プロセスを例に挙げれば、スルーホール構・導体パッタの形成に化学めっき液を用いている。化学めっき液は析出反応により、液中の銅イオンを金属性として析出すると、析出量に對比してめっき液中の銅イオン・還元剤・pH調整剤が減少するため、減少量に応じて銅イオン・還元剤・pH調整剤を補給して、化学めっき液の成分濃度を一定に維持して作業を継続している。一般に銅イオンの被給源としては硫酸銅溶液を用いており、還元剤・pH調整剤としてそれぞれホルマリン、苛性ソーダ溶液を用いている。しかし、化学めっきの欠点として、前記の析出反応により化学めっき液中に硫酸ソーダ、苛性ソーダが生じ蓄積する。また、エアーポンプにより大気中の二酸化炭素ガスを吸収するため酸性ソーダが生じ蓄積する。これ等の腐が蓄積して高濃度になると、析出する化学めっきの金属皮膜は物性が劣る膜めっき皮膜となる。また、析出するめっき皮膜にはコブ状の突起(ノジュール)が発生しやすくなる傾向があり、めっきレジスト上への鋼落ちと称する異常析出が発生しやすくなる。そのため、化学めっき液中の上記の腐の濃度を管理し、一定量に達すると廃棄して新しい液に交換している。

【0003】 現在、この化学めっき液の老化廃液処理としては、産業廃棄物処理業者に処理を委託したり、もしくは、プリント配線板の製造業者自身が有する排水処理施設において、金属分を凝集沈殿し希釈放流しているが、この化学めっき液の成分は、金属イオン以外にも大量のキレート剤等が含まれているため、近年、環境汚染の問題や廃液中の有価資源の回収・再利用という観点から、化学めっき液の老化廃液中の有価資源である、銅イオンは金属廃棄と、また、キレート剤は品析分離し

て回収する等の再資源化・再利用化が積極的に行われるようになってきた。従来の化学めっき廃液中の金属イオンの回収方法は、いくつあるが一般的には以下の方法で行われている。一つは東京銅材料協同組合発行の『めっき技術ガイドブック』の19項、めっき排水に述べられているように、電気分解法により廃液へ金属として析出分離する方法である。二つは財团法人工業技術院行の『製造科学研究所研究報告(1988年No. 11-2)』に述べられているように、化学めっき液の老化廃液を加温し、無機粉体を混入して金属イオンを粉体上に金属として析出分離する方法である。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】 化学めっき液の老化廃液中の金属イオンの回収は、一般的には前記したような方法で行われている。しかし、従来の方法である電気分解法は、化学めっき液の老化廃液中の金属イオンの濃度が薄くなるに従い電気分解の効率が悪くなるため、回収のための電気エネルギーの効率も劣る結果となる。そのため、電気分解用の設備規模が大きくなり、特種な電極を必要とする等の欠点があり、また、化学めっき液の老化廃液によっては金属イオン回収後、有価成分であるキレート剤を回収しようとする場合、電気分解により化学めっき液の老化廃液中のキレート剤が酸化酸化し、回収後のキレート剤に不純物を含むことになり、高純度を必要とする化学めっきの部品として再利用するには適さないことになる。次に、無機粉体析出法は、短時間に金属イオンを析出回収するには効率的な方法であるが、析出した金属粉の分離に特別の設備を必要とし、また分離槽に析出した金属の除去が難しく、分解槽に析出した場合には、手により分解槽から析出した金属を剥離除去しなければならない問題がある。本発明の目的は、上記の課題を解決することにあり、化学めっき液の老化廃液中の金属イオンの回収において、金属イオンの回収を小規模設備で効率良く行い、また、再利用するキレート剤に不純物を含ませてしまうことなく、容易に金属イオンを金属として回収することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】 上記目的を達成するため、本発明は、化学めっき液の老化廃液貯槽と、該老化廃液貯槽に接続され該老化廃液貯槽内の老化廃液を移送して該老化廃液貯槽に戻すよう循環移送するための送液配管と、該送液配管の途中にそれぞれ介在接続された循環ポンプおよび金属イオンをめっき反応で析出させる触媒となる金属を付着させた沢材を装填した沢通器とを具備し、化学めっき液の老化廃液中の金属イオンを前記沢材に還元析出させ回収するようにしている。また、化学めっき液の金属イオン回収用沢材を、沢材に化学めっき液の金属イオン回収用沢材を、沢材に化学めっき液の金属イオンをめっき反応で析出させる触媒となる金属を付着させたものとしている。

【0006】

【作用】処理液中の銅分離するための伊村は、液との接触面積が非常に大きく、これに金属性イオンを析出させる触媒となる金属性を持ちて、化学めっき液の老化液を循環した場合、めっき液中に多數のめっき物を投入したのと同じ効果が得られ、短時間に金属性イオンをめっき反応で析出させ回収・除去することができる。

【0007】

【実施例】

(実施例1) 以下に本実施例について図1を用いて説明する。化学めっきの析出反応で生じた塩の濃度が、管壁限界に達した化学めっき槽1の化学めっき液2は、送液ポンプア3で送液配管4を経由して廃液貯槽5に移送される。廃液貯槽5の化学めっき液2は、加温用ヒータ6で所定の温度に昇温される。化学めっきの析出反応に必要な十分量の還元剤、pH調整剤を添加し循環ポンプア7で送液配管8を経由し、金属性イオンを析出させる触媒となる金属性を持ちた伊村を装填した伊村器10を通過し廃液貯槽5にに戻り、一定の時間循環伊村過を行なう。この循環伊村により、化学めっき液中の銅イオンが、伊村9に金属性として析出する。

(0008) 具体的な処理条件を示すと、廃液貯槽5の化学めっき液は、約2600Lで廃液中の銅濃度は2.5~2.7g/Lであり、加温用ヒータ6で6.5~7.5℃に昇温した。循環ポンプア7で1分間当り500~600Lを伊村器10に送液した。伊村9は、あらかじめ市販のパラジウム触媒溶液に2~3分間浸没したのち、2~3分間流水で水洗し、水洗中から取り出し3*

ま1

処理時間(分)	0	50	80	90	120	150	180
廃液濃度(g/L)	2.55	1.35	0.43	0.18	0.06	0.04	0.02

(0011) (実施例2) 以下に実施例2について図2を用いて説明する。塩の濃度が管壁限界に達した、化学めっき作業終了直後の液を廃液とするとき、化学めっき槽1の化学めっき液2は、冷却することなく直接送液ポンプア3で、送液配管4を経由し、伊村11を装填した伊村器12を通過し、廃液貯槽13に移送される。化学めっき液2に含まれる銅イオンは、伊村11に、金属性として析出する。この時、化学めっき液2に含まれる銅イオンを完全に除去することは困難なため、廃液貯槽13に移送した化学めっき液2は、実施例1と同じ様の処理を行ない銅イオンを除去する。

(0012) 具体的な処理条件および結果を示すと、化学めっき槽1の化学めっき液2は、化学めっき作業が終了した直後のため、廃液は7.0~7.2℃に保たれており、銅濃度・ホルマリン濃度・pHは各2.5~2.7g/L、2~3mL/1、1.2~3.1、5にコントロールされている。廃液は、約2600Lである。伊村器12には、あらかじめ触媒処理した伊村11を装填した。送液ポンプア3で廃液貯槽13に、化学めっき液2

*~4分間液きりを行なった。そして、洗浄水を循環できる伊村器に再度装填して、1.0~1.5分間水洗したのち、伊村器10に20本装填した。伊村9は市販の20インチのカートリッジタイプのフィルターを用いた。伊村9のメッシュは10ミクロンメータを用いた。伊村9は本来めっき液中のごみ、有機物を除去するものである。また、伊村9は新品のものを用いてもよいが、めっき作業で使用され、交換、廃棄処分するものを用いれば十分である。化学めっき液2はホルマリンを用いて濃度を循環開始時3~4mL/1にコントロールした。pH調整剤は奇性ソーダ溶液を用い循環開始時pHを12.5~12.8にコントロールした。還元剤、pH調整剤とも循環開始時は補給を停止した。化学めっき液2の循環は180分間行なつた。

(0009) 本実施例では化学めっき液の場合について説明したが、他の金属めっき液である化合金めっき液、化学ニッケルめっき液等にも適用できることは云うまでもない。また、金属の回収は伊村を回収することにより、また、回収した伊村を処理することにより容易に行なわれ、再利用するキレート剤に不純物が含まれることもない。また、本実施例では化学めっき槽1の付帯機器関係の説明は省いてある。表1に実施例1による銅イオンの除去結果を示す。

【0010】

【表1】

※めっき液2を1分間当たり100~150Lを移送した。移送終了後、廃液貯槽13の化学めっき液2を加温用ヒータ14で6.5~7.5℃に昇温し、循環ポンプア15で1分間当り500~600Lの量を循環配管16を経由し、あらかじめ触媒処理した伊村17を装填した伊村器18に移送した。伊村11および伊村17は、あらかじめ市販のパラジウム触媒溶液に2~3分間浸没したのち、2~3分間流水で水洗し、水洗中から取り出し3~4分間液きりを行なった。そして、洗浄水を循環できる伊村器に再度装填して、1.0~1.5分間水洗したのち、伊村器12および伊村18に20本装填した。伊村11および伊村17は市販の20インチのカートリッジタイプのフィルターを用いた。伊村11および伊村17のメッシュは10ミクロンメータを用いた。伊村11および伊村17は本来めっき液中のごみ、有機物を除去するものである。また、伊村11および伊村17は新品のものを用いてもよいが、めっき作業で使用され、交換、廃棄処分するものを用いれば十分である。化学めっき液2を化学めっき槽1から、廃液貯槽13に移送する

とき20分間要した。また、廃液貯槽13での循環は180分間であった。

【0013】本実施例では化学鋼めっき液の場合について説明したが、他の金属めっき液である化学金めっき液、化学ニッケルめっき液等にも適用できることは云うまでもない。また、金属の回収は材料を回収することにより、また、回収した材料を処理することにより容易に*

表2

作業終了時	廃液流量	めっき槽一廃液貯槽				廃液處理時間(分)
		3.0	9.0	15.0	18.0	
廃液量(L/L)	2.65	1.41	0.51	0.23	0.03	0.01

【0015】

【発明の効果】本発明によれば、化学めっき液の老化廃液中の金属イオンの処理を、短時間に金属として除去でき、金属の回収は材料の交換作業で簡単にできる。また、回収装置を非常に小規模で安価にすることができます。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明の化学鋼めっき液の金属イオン回収装置の実施例1の構成を示す図である。

【図2】本発明の化学鋼めっき液の金属イオン回収装置の実施例2の構成を示す図である。

*行なわれ、再利用するキレート剤に不純物が含まれることもない。また、本実施例では化学鋼めっき槽1の付帯機器関係の説明は省いてある。表2に実施例2による鋼イオンの除去結果を示す。

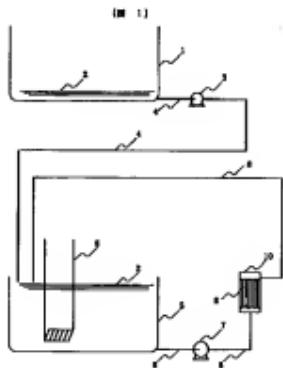
【0014】

【表2】

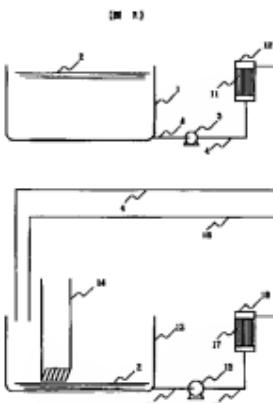
※【符号の説明】

- 1 化学鋼めっき槽
- 2 化学鋼めっき液
- 3 送液ポンプ
- 4 送液配管
- 5、13 廃液貯槽
- 6、14 加温用ヒータ
- 7、15 循環ポンプ
- 8、16 循環配管
- 9、11、17 材料
- 10、12、18 液過器

【図1】



【図2】



フロントページの継ぎ

(72)発明者 小林 史郎
神奈川県秦野市塙山下1番地 株式会社日
立製作所汎用コンピュータ事業部内

(72)発明者 鳥羽 律司
東京都港区虎ノ門四丁目1番40号 日航工
ンジニアリング株式会社内

PAT-NO: JP408170177A
DOCUMENT- JP 08170177 A
IDENTIFIER:
TITLE: DEVICE AND FILTER MEDIUM FOR RECOVERING METALLIC ION
IN CHEMICAL PLATING SOLUTION
PUBN-DATE: July 2, 1996

INVENTOR-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
MUTO, TSUNEFUMI	
TAKAISHI, KIMIHIRO	
KOBAYASHI, SHIRO	
TOBA, RITSUJI	

ASSIGNEE-INFORMATION:

NAME	COUNTRY
HITACHI LTD	N/A
NIKKO ENG KK	N/A

APPL-NO: JP06333390

APPL-DATE: December 15, 1994

INT-CL (IPC): C23C018/16 , B01D035/02 , C22B007/00 , H05K003/00

ABSTRACT:

PURPOSE: To recycle the metallic ion as a valuable component in an exhausted chemical plating soln. by recovering thereof.

CONSTITUTION: This device for recovering a metallic ion in a waste chemical copper plating soln. consists of a tank 5 for storing an exhausted chemical copper plating soln., a heater 6 for heating the waste soln., a pump 7 for circulating the waste soln., a circulating pipeline 8, a filter medium 9 carrying a catalytic metal to deposit the metallic ion in the waste soln. and a filter 10 packed with the filter medium. The metallic ion is recovered by circulating the waste soln. through the filter 10. Consequently, the copper ion in the waste soln. is deposited on the filter medium 9 as metallic copper. The controlling devices for controlling the soln. temp., the circulating pump, etc., are not shown in the figure.

COPYRIGHT: (C)1996,JPO